

DA

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

**EP 1 245 719 A1**

(12)

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag:  
02.10.2002 Patentblatt 2002/40

(51) Int Cl.7: **D06M 15/643**, C07F 7/08,  
C08G 77/26, C08G 77/388,  
C08L 83/08

(21) Anmeldenummer: 02005359.1

(22) Anmeldetag: 14.03.2002

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU**  
**MC NL PT SE TR**  
Benannte Erstreckungsstaaten:  
**AL LT LV MK RO SI**

- Schattenmann, Wolfgang, Dr.  
84489 Burghausen (DE)
- Minigshofer, Renate  
84367 Reut (DE)
- Richter, Evelyn  
85354 Pulling (DE)

(30) Priorität: 29.03.2001 DE 10115476

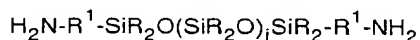
(71) Anmelder: **Wacker-Chemie GmbH**  
**81737 München (DE)**

(74) Vertreter: **Deffner-Lehner, Maria, Dr. et al**  
**Wacker-Chemie GmbH,**  
**Hanns-Seidel-Platz 4**  
**81737 München (DE)**

(72) Erfinder:  
• **Messner, Michael**  
**01665 Semmelsberg (DE)**

**(54) Verfahren zur Behandlung von organischen Fasern**

(57) Verfahren zur Behandlung von organischen Fasern mit wässrigen Zubereitungen enthaltend aminofunktionellen Organosiliciumverbindungen der allgemeinen Formel



wobei i eine ganze Zahl von 1 bis 1000 ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) je Rest bedeutet und R<sup>1</sup> einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen bedeutet.

Die organischen Fasern, wie Textilien, weisen einen weichen Griff und eine gute Wiederbenetzbarkeit auf.

EP 1 245 719 A1

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Behandlung von organischen Fasern mit aminofunktionellen Organosiliciumverbindungen.

[0002] Aus der Literatur sind Ammoniumgruppen tragende Siloxane schon lange bekannt, für die Herstellung werden hierbei verschiedene Wege beschrieben. Eine Syntheseroute, wie z. B. in GB-A 2 201 433 beschrieben, geht hierbei von epoxifunktionellen Siliconen aus, die durch eine Hydrosilylierungsreaktion von Si-H Gruppen tragenden Siloxanen mit einem eine Vinylgruppe tragenden Epoxid (z. B. Allylglycidether) erhalten werden, und setzt diese epoxifunktionellen Silicone mit Ammoniumsalzen tertiärer Amine zu Ammoniumgruppen tragenden Siliconen um. Eine weitere Möglichkeit besteht darin zunächst ein Aminoalkylgruppen tragendes Siloxan herzustellen und dieses anschließend mit Alkylierungsmitteln zu quaternieren, wie dies beispielsweise in EP-A 436 359 beschrieben wird.

[0003] Die in der Textilveredelung heute als Weichmacher eingesetzten Aminosiloxane tragen in ihrem weit überwiegenden Anteil Aminoethylaminopropylseitengruppen oder Aminopropylseitengruppen. Diese in neutralisierter Form kationischen Seitengruppen richten sich auf der Faseroberfläche aus und erzeugen damit eine Orientierung des Siloxans auf der Faseroberfläche. Dies führt zu einem extrem weichen und angenehmen Griff damit behandelter textiler Substrate. Die Aminosiloxane werden üblicherweise in Form von Emulsionen aufgebracht. Dies stellt den letzten Arbeitsgang, die sogenannte Ausrüstung, bei der Erzeugung von textilen Flächegebilden dar und kann durch sogenannte Zwangsanwendung (z. B. im Foulard) oder aufgrund des kationischen Charakters der Aminosiloxane grundsätzlich auch im Ausziehverfahren geschehen.

[0004] Ein wesentlicher Nachteil der heute in der Textilveredelung angewandten Aminosiloxane ist die drastisch verschlechterte Wiederbenetzbarkeit von damit ausgerüstetem textilem Substrat. Dies ist in der Textilveredelungspraxis besonders störend insofern, daß einmal ausgerüstetes Textilgut nicht mehr überfärbt werden kann. Dies ist insbesondere von Bedeutung, da Silicone aufgrund ihres niedrigen Brechungsindex eine stark farbvertiefende Wirkung zeigen und so zu Farbtonverschiebungen führen können. Auch bei Fehlfärbungen ist die schlechte Wiederbenetzbarkeit von mit Siliconweichmachern behandelter Ware störend, da kaum mehr korrigiert werden kann. Darüber hinaus gibt es Artikel bei Konsumtextilien, für die zwar ein flauschig weicher Griff gewünscht wird, aber eine gute Wiederbenetzbarkeit unbedingt erforderlich ist, z. B. Frottierwaren für Handtücher, Unterwäsche usw. Ähnliche Anforderungen gelten auch für Nonwovens-Artikel, die z. B. in der Körperpflege eingesetzt werden. Für diese Artikel wird ebenfalls ein weicher Griff angestrebt, ohne daß hierbei die Saugfähigkeit beeinträchtigt werden soll.

[0005] Es bestand die Aufgabe, ein Verfahren zur Behandlung von organischen Fasern mit aminofunktionellen Organosiliciumverbindungen bereitzustellen, wobei die aminofunktionellen Organosiliciumverbindungen den damit behandelten organischen Fasern, wie Textilien, einen weichen Griff und eine gute Wiederbenetzbarkeit verleihen ohne die Thermovergütung der behandelten organischen Fasern negativ zu beeinflussen.

[0006] Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Behandlung von organischen Fasern mit wässrigen Zubereitungen enthaltend aminofunktionelle Organosiliciumverbindungen der allgemeinen Formel



wobei i eine ganze Zahl von 1 bis 1000, bevorzugt 20 bis 650 ist,

R gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) je Rest bedeutet und

R<sup>1</sup> einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen bedeutet.

[0007] Die erfindungsgemäßen Organosiliciumverbindungen sind vorzugsweise lineare Diorganopolysiloxane mit endständigen SiCgebundenen Aminogruppen.

[0008] Die erfindungsgemäßen Organosiliciumverbindungen besitzen vorzugsweise eine Viskosität von 30 bis 10 000 mPa·s bei 25°C, bevorzugt eine Viskosität von 30 bis 5 000 mPa·s bei 25°C.

[0009] Die erfindungsgemäßen Organosiliciumverbindungen besitzen vorzugsweise eine Aminzahl von 1,35 bis 0,035 mmol/g, bevorzugt 1,35 bis 0,042 mmol/g.

[0010] Beispiele für Reste R sind Alkylreste, wie der Methyl-, Ethyl-, n-Propyl-, iso-Propyl-, 1-n-Butyl-, 2-n-Butyl-, iso-Butyl-, tert.-Butyl-, n-Pentyl-, iso-Pentyl-, neo-Pentyl-, tert.-Pentylrest, Hexylreste, wie der n-Hexylrest, Heptylreste, wie der n-Heptylrest, Octylreste, wie der n-Octylrest und iso-Octylreste, wie der 2,2,4-Trimethylpentylrest, Nonylreste, wie der n-Nonylrest, Decylreste, wie der n-Decylrest, Dodecylreste, wie der n-Dodecylrest, und Octadecylreste, wie der n-Octadecylrest; Cycloalkylreste, wie Cyclopentyl-, Cyclohexyl-, Cycloheptyl- und Methylcyclohexylreste; Arylreste, wie der Phenyl-, Naphthyl-, Anthryl- und Phenanthrylrest; Alkarylreste, wie o-, m-, p-Tolylreste, Xylreste und Ethylphenylreste; und Aralkylreste, wie der Benzylrest, der α- und der β-Phenylethylrest.

[0011] Der Rest R ist vorzugsweise ein Alkylrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatom(en) je Rest, bevorzugt ein Methylrest.

[0012] Beispiele für den Rest R<sup>1</sup> sind der Ethylen-, n-Propylen-, iso-Propylen-, n-Butylen-, Cyclohexylen-, Phenylen-

und Butenylrest.

[0013] Der Rest  $R^1$  ist vorzugsweise ein Alkylrest, bevorzugt ein Alkylrest mit 3 und 4 Kohlenstoffatomen, besonders bevorzugt ein n-Propylrest.

[0014] Die erfindungsgemäßen aminofunktionellen Organosiliciumverbindungen werden beispielsweise nach folgendem Verfahren hergestellt: In einer ersten Stufe wird ein kurzkettiges Dialkylpolysiloxan, welches an den beiden Endgruppen eine reaktionsfähige Si-H-Gruppe trägt, mit N,N-Bis(trimethylsilyl)-allylamin unter Zusatz eines Hydrosilylierungskatalysators umgesetzt. In der zweiten Stufe wird das so erhaltene  $\alpha,\omega$ -Aminoalkylen-Diorganopolysiloxan unter basischer Katalyse mit Methylsiloxancyclen coäquilibriert.

[0015] Bei den erfindungsgemäßen wässrigen Zubereitungen handelt es sich vorzugsweise um eine wässrige Emulsion oder eine wässrige Lösung.

[0016] Die wässrige Emulsion enthält vorzugsweise die erfindungsgemäße aminofunktionelle Organosiliciumverbindung, gegebenenfalls Emulgator, Säure und Wasser.

[0017] Die wässrigen Emulsionen können nach allgemein bekannten Verfahren hergestellt werden. Die Herstellung der Emulsionen kann in üblichen, zur Herstellung von Emulsionen geeigneten Mischgeräten, wie schnelllaufenden Stator-Rotor-Rührgeräten nach Prof. P. Willems, wie sie unter dem registrierten Warenzeichen "Ultra-Turrax" bekannt sind, erfolgen.

Die erfindungsgemäßen Organosiliciumverbindungen können mit dem im Stand der Technik beschriebenen Verfahren wie Scher- oder Phaseninversionsemulgierung bzw. im Heizverfahren emulgiert werden.

[0018] Die wässrige Emulsion enthält vorzugsweise an sich bekannte Emulgatoren.

[0019] Beispiele für anionische Emulgatoren sind:

1. Alkylsulfate, besonders solche mit einer Kettenlänge von 8 bis 18 C-Atomen, Alkyl- und Alkarylethersulfate mit 8 bis 18 C-Atomen im hydrophoben Rest und 1 bis 40 Ethylenoxid (EO)- bzw. Propylenoxid(PO)einheiten.

2. Sulfonate, besonders Alkylsulfonate mit 8 bis 18 C-Atomen, Alkylarylsulfonate mit 8 bis 18 C-Atomen, Tauride, Ester und Halbestere der Sulfobernsteinsäure mit einwertigen Alkoholen oder Alkylphenolen mit 4 bis 15 C-Atomen; gegebenenfalls können diese Alkohole oder Alkylphenole auch mit 1 bis 40 EO-Einheiten ethoxyliert sein.

3. Alkali- und Ammoniumsalze von Carbonsäuren mit 8 bis 20 C-Atomen im Alkyl-, Aryl-, Alkaryl- oder Aralkylrest.

4. Phosphorsäureteilester und deren Alkali- und Ammoniumsalze, besonders Alkyl- und Alkarylphosphate mit 8 bis 20 C-Atomen im organischen Rest, Alkylether- bzw. Alkaryletherphosphate mit 8 bis 20 C-Atomen im Alkyl- bzw. Alkarylrest und 1 bis 40 EO-Einheiten.

[0020] Beispiele für nichtionische Emulgatoren sind:

5. Polyvinylalkohol, der noch 5 bis 50 %, vorzugsweise 8 bis 20 % Vinylacetateinheiten aufweist, mit einem Polymerisationsgrad von 500 bis 3000.

6. Alkylpolyglycolether, vorzugsweise solche mit 6 bis 40 EO-Einheiten und Alkylresten von 8 bis 20 C-Atomen.

7. Alkylarylpolyglycolether, vorzugsweise solche mit 8 bis 40 EO-Einheiten und 8 bis 20 C-Atomen in den Alkyl- und Arylresten.

8. Ethylenoxid/Propylenoxid(EO/PO)-Blockcopolymere, vorzugsweise solche mit 8 bis 40 EO- bzw. PO-Einheiten.

9. Additionsprodukte von Alkylaminen mit Alkylresten von 8 bis 22 C-Atomen mit Ethylenoxid oder Propylenoxid.

10. Fettsäuren mit 6 bis 24 C-Atomen.

11. Alkylpolyglykoside der allgemeinen Formel  $R^*-O-Z_o$ , worin  $R^*$  einen linearen oder verzweigten, gesättigten oder ungesättigten Alkylrest mit im Mittel 8 - 24 C-Atomen und  $Z_o$  einen Oligoglykosidrest mit im Mittel  $o = 1 - 10$  Hexose- oder Pentoseeinheiten oder Gemischen davon bedeuten.

## EP 1 245 719 A1

12. Naturstoffe und deren Derivate, wie Lecithin, Lanolin, Saponine, Cellulose; Cellulosealkylether und Carboxylcellulosen, deren Alkylgruppen jeweils bis zu 4 Kohlenstoffatome besitzen.

13. Polare Gruppen enthaltende lineare Organo(poly)siloxane, insbesondere solche mit Alkoxygruppen mit bis zu 24 C-Atomen und/oder bis zu 40 EO- und/oder PO-Gruppen.

**[0021]** Beispiele für kationische Emulgatoren sind:

14. Salze von primären, sekundären und tertiären Fettaminen mit 8 bis 24 C-Atomen mit Essigsäure, Schwefelsäure, Salzsäure und Phosphorsäuren.

15. Quarternäre Alkyl- und Alkylbenzylammoniumsalze, insbesondere solche, deren Alkylgruppen 6 bis 24 C-Atome besitzen, insbesondere die Halogenide, Sulfate, Phosphate und Acetate.

16. Alkylpyridinium-, Alkylimidazolium- und Alkylloxazoliumsalze, insbesondere solche, deren Alkylkette bis zu 18 C-Atome besitzt, speziell die Halogenide, Sulfate, Phosphate und Acetate.

**[0022]** Beispiele für ampholytische Emulgatoren sind:

17. Langkettig substituierte Aminosäuren, wie N-Alkyl-di(aminoethyl-)glycin oder N-Alkyl-2-aminopropionsäuresalze.

18. Betaine, wie N-(3-Acylamidopropyl)-N,N-dimethylammoniumsalze mit einem C<sub>8</sub>-C<sub>18</sub>-Acylrest und Alkyl-imidazolium-Betaine.

**[0023]** Bevorzugt als Emulgatoren sind nichtionische Emulgatoren, insbesondere die vorstehend unter 6. aufgeführten Alkylpolyglycolether, die unter 9. aufgeführten Additionsprodukte von Alkylaminen mit Ethylenoxid oder Propylenoxid, die unter 11. aufgeführten Alkylpolyglykoside und der unter 5. aufgeführte Polyvinylalkohol.

**[0024]** Die wässrige Emulsion enthält Emulgatoren in Mengen von vorzugsweise 0 bis 15 Gew.-%, besonders bevorzugt 1 bis 10 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der Emulsion.

**[0025]** Durch die Zugabe von Säure können die Stickstoffatome in den endständigen Aminogruppen der erfindungsgemäßen Organosiliciumverbindungen ganz oder teilweise protoniert werden.

**[0026]** Es können organische oder anorganische Säuren eingesetzt werden.

Beispiele für organische Säuren sind Monocarbonsäuren, wie Ameisensäure, Essigsäure, Propionsäure, Buttersäure, Pivalinsäure, Sorbinsäure, Benzoesäure, Salicylsäure, Toluylsäure und Dicarbonsäuren, wie Bernsteinsäure, Maleinsäure, Adipinsäure, Malonsäure und Phthalsäure, wobei Monocarbonsäuren bevorzugt sind, und Ameisensäure, Essigsäure und Propionsäure besonders bevorzugt sind.

**[0027]** Weitere Beispiele für Säuren sind Sulfonsäuren, wie Methansulfonsäure, Butansulfonsäure, Trifluormethansulfonsäure und Toluolsulfonsäure, sowie anorganische Säuren, wie Salzsäure, Bromwasserstoffsäure, Schwefelsäure und Phosphorsäure. Die Verwendung dieser starken Säuren ist nicht bevorzugt.

**[0028]** Die Säuren werden vorzugsweise in Mengen von 0,05 bis 5 Gew.-%, bevorzugt von 0,05 bis 1 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Emulsion, eingesetzt.

**[0029]** Die wässrigen Emulsionen enthalten Wasser vorzugsweise in Mengen von 20 bis 95 Gew.-%, bevorzugt von 30 bis 85 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Emulsion.

**[0030]** Die wässrigen Emulsionen enthalten die erfindungsgemäßen aminofunktionellen Organosiliciumverbindungen vorzugsweise in Mengen von 5 bis 70 Gew.-%, bevorzugt von 10 bis 50 Gew.-%, jeweils bezogen auf das Gesamtgewicht der wässrigen Emulsion.

**[0031]** Zur Stabilisierung solcher wässrigen Emulsionen können nichtwässrige, aber mit Wasser kompatible Lösemittel, wie Isopropanol, Diethylenglykolmonomethylether, Diethylenglykolmonobutylether, Dipropylenglykol oder Dipropylenglykolmonomethylether, mitverwendet werden.

**[0032]** Nach dem erfindungsgemäßen Verfahren zur Behandlung, wie Imprägnierung, von organischen Fasern können alle organischen Fasern in Form von Fäden, Garnen oder textilen Flächengebilden, wie Vliesen, Matten, Strängen, gewebten, gewirkten oder gestrickten Textilien behandelt werden, die auch bisher mit Organosiliciumverbindungen behandelt werden konnten. Beispiele für Fasern, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelt werden können, sind solche aus Keratin, insbesondere Wolle, Polyvinylalkohol, Mischpolymere von Vinylacetat, Baumwolle, Rayon, Hanf, natürliche Seide, Polypropylen, Polyethylen, Polyester, Polyurethan, Polyamid, Cellulose und Gemische aus

mindestens zwei solcher Fasern. Wie aus der vorstehenden Aufzählung ersichtlich, können die Fasern natürlicher oder synthetischer Herkunft sein. Die Textilien bzw. textilen Flächengebilde können in Form von Stoffbahnen oder Kleidungsstücken bzw. Teilen von Kleidungsstücken vorliegen.

**[0033]** Das Auftragen auf die zu behandelnden organischen Fasern kann in beliebiger für die Behandlung von organischen Fasern geeigneter und vielfach bekannter Weise, z.B. wie eingangs erwähnt, erfolgen.

**[0034]** Das erfindungsgemäße Verfahren hat den Vorteil, dass die mit den erfindungsgemäßen Organosiliciumverbindungen behandelten organischen Fasern einen weichen Griff und gleichzeitig eine gute Wiederbenetzbarkeit besitzen und dass sie keine Thermovergilbung aufweisen.

#### Beispiel 1:

**[0035]** 108,4 g N,N-Bis(trimethylsilyl)allylamin werden in einem mit Rührer, Rückflußkühler und Thermometer ausgestatteten 1 l Dreihalskolben vorgelegt und auf Rückfluß erhitzt. Anschließend werden 0,015 g Platin (in Form von Hexachloroplatinsäure) zugegeben und innerhalb von 15 Minuten 389 g eines  $\alpha,\omega$ -SiHhaltigen Polysiloxans (0,18 Gew.-% Si-gebundenen Wasserstoff) zudosiert. Die Reaktionstemperatur wird bis auf 150°C geführt und anschließend noch 30 Minuten bei Rückfluß gehalten. Das Reaktionsgemisch wird bis auf 75°C abgekühlt und anschließend 50 g Ethanol zugegeben. Nach weiteren 30 Minuten Rückfluß wird bei 130°C und Vollvakuum ausdestilliert. Das erhaltene gelbe Öl hat eine Aminzahl von 1,65 mmol/g und eine Viskosität von 19,3 mm<sup>2</sup>/s bei 25°C.

#### Beispiel 2:

**[0036]** Von dem in Beispiel 1 erhaltenen Produkt werden in einem mit Rührer, Rückflußkühler und Thermometer ausgestatteten 250 ml Dreihalskolben 6,1 g mit 193,0 g Oktamethyltetrasiloxan sowie 0,2 g einer 40 %igen wäßrigen Lösung von Tetrabutylphosphoniumhydroxid vermischt und unter Rühren vier Stunden bei 100°C gehalten. Anschließend wird zu dem inzwischen deutlich viskosen Öl noch einmal 0,1 g der 40 %igen wäßrigen Tetrabutylphosphoniumhydroxid-Lösung gegeben und der Ansatz noch weitere zwei Stunden nachgerührt. Es wird ein klares, farbloses Öl mit einer Viskosität von 883 mPa\*s bei 25°C und einer Aminzahl von 0,06 mmol/g erhalten.

#### Beispiel 3:

**[0037]** Von dem in Beispiel 1 erhaltenen Produkt werden in einem mit Rührer, Rückflußkühler und Thermometer ausgestatteten 250 ml Dreihalskolben 12,1 g mit 187,9 g Oktamethyltetrasiloxan sowie 0,2 g einer 40 %igen wäßrigen Lösung von Tetrabutylphosphoniumhydroxid vermischt und unter Rühren vier Stunden bei 100°C gehalten. Anschließend wird zu dem inzwischen deutlich viskosen Öl noch einmal 0,1 g der 40 %igen wäßrigen Tetrabutylphosphoniumhydroxid-Lösung gegeben und der Ansatz noch weitere zwei Stunden nachgerührt. Es wird ein klares, farbloses Öl mit einer Viskosität von 612 mPa\*s bei 25°C und einer Aminzahl von 0,11 mmol/g erhalten.

#### Beispiel 4:

**[0038]** Von dem in Beispiel 1 erhaltenen Produkt werden in einem mit Rührer, Rückflußkühler und Thermometer ausgestatteten 250 ml Dreihalskolben 24,2 g mit 175,8 g Oktamethyltetrasiloxan sowie 0,2 g einer 40 %igen wäßrigen Lösung von Tetrabutylphosphoniumhydroxid vermischt und unter Rühren vier Stunden bei 100°C gehalten. Anschließend wird zu dem inzwischen deutlich viskosen Öl noch einmal 0,1 g der 40 %igen wäßrigen Tetrabutylphosphoniumhydroxid-Lösung gegeben und der Ansatz noch weitere zwei Stunden nachgerührt. Es wird ein klares, farbloses Öl mit einer Viskosität von 180 mPa\*s bei 25°C und einer Aminzahl von 0,24 mmol/g erhalten.

#### Beispiel 5:

**[0039]** Von dem in Beispiel 1 erhaltenen Produkt werden in einem mit Rührer, Rückflußkühler und Thermometer ausgestatteten 250 ml Dreihalskolben 36,4 g mit 163,6 g Oktamethyltetrasiloxan sowie 0,2 g einer 40 %igen wäßrigen Lösung von Tetrabutylphosphoniumhydroxid vermischt und unter Rühren vier Stunden bei 100°C gehalten. Anschließend wird zu dem inzwischen deutlich viskosen Öl noch einmal 0,1 g der 40 %igen wäßrigen Tetrabutylphosphoniumhydroxid-Lösung gegeben und der Ansatz noch weitere zwei Stunden nachgerührt. Es wird ein klares, farbloses Öl mit einer Viskosität von 132 mPa\*s bei 25°C und einer Aminzahl von 0,48 mmol/g erhalten.

#### Beispiel 6 (Emulgiervfahren) :

**[0040]** 15 g des Aminosiloxans aus Beispiel 2 werden mit 5 g eines isotridecylethoxypolyethylenglykols mit durch-

## EP 1 245 719 A1

schnittlich sechs Ethylenoxideinheiten, 5 g eines Isotridecylethoxypolyethylenglykols mit durchschnittlich acht Ethylenoxideinheiten, 1 g Eisessig und 15 g Isopropanol solange verrührt, bis eine homogene Mischung erhalten wird. Anschließend wird insgesamt 59 g Wasser in kleinen Portionen unter Rühren in das Gemisch gegeben. Es wird eine weiße Emulsion erhalten.

Beispiel 7:

**[0041]** Das in Beispiel 3 erhaltene Aminosiloxan wurde gemäß Beispiel 6 emulgiert und hierbei eine bläulich, durchsichtige Emulsion erhalten.

Beispiel 8:

**[0042]** Das in Beispiel 4 erhaltene Aminosiloxan wurde gemäß Beispiel 6 emulgiert und hierbei eine bläulich, durchsichtige Emulsion erhalten.

Beispiel 9:

**[0043]** Das in Beispiel 5 erhaltene Aminosiloxan wurde gemäß Beispiel 6 emulgiert und hierbei eine klare Emulsion erhalten.

Vergleichsversuch 1:

**[0044]** Ein handelsübliches Dimethylpolysiloxan mit endständigen Methoxygruppen und seitenständigen Aminoethylaminopropylgruppen mit einer Viskosität von 987 mPa\*s bei 25°C und einer Aminzahl von 0,3 mmol/g wurde gemäß Beispiel 6 emulgiert und hierbei eine klare Emulsion erhalten.

Vergleichsversuch 2:

**[0045]** Ein handelsübliches Dimethylpolysiloxan mit endständigen Methoxygruppen und seitenständigen Aminoethylaminopropylgruppen mit einer Viskosität von 987 mPa\*s bei 25°C und einer Aminzahl von 0,6 mmol/g wurde gemäß Beispiel 6 emulgiert und hierbei eine klare Emulsion erhalten.

**[0046]** Ausrüstungsbeispiele: Foulardverfahren

Beispiele 10 bis 16:

**[0047]** Verwendet wurde eine gebleichte, unausgerüstete Baumwollfrotteeware mit 400 g/m<sup>2</sup> für die Bestimmungen von Weichgriff, Wassereinsinkzeit (Hydrophilie) und Weißgrad. Der Stoff wurde mit der jeweiligen Flotte getränkt, mit einem Zweiwalzenfoulard auf 80 % Flottenaufnahme abgequetscht und bei 120°C während 10 Minuten getrocknet. Anschließend lag die ausgerüstete Ware acht Stunden im Klimaraum bei einer Temperatur von 23°C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % aus.

**[0048]** In der nachstehenden Tabelle sind für die Beispiele 10 bis 16 die verwendeten Produkte und die Ergebnisse des mittels Foulardverfahren ausgerüsteten Stoffs zusammengestellt.

**[0049]** Bei dem Beispiel 16 in der Tabelle handelt es sich um eine Blindprobe. Es wurde der Blindwert (Wasserwert) ermittelt (hydrophil, keine Vergilbung aber auch kein weicher Griff).

Tabelle:

Beispiele	10	11	12	13	14	15	16
Emulsion aus B 6			20 g/l				
Emulsion aus B 7				20 g/l			
Emulsion aus B 8					20 g/l		
Emulsion aus B 9						20 g/l	
Emulsion aus V 1		20 g/l					
Emulsion aus V 2	20 g/l						
Eisessig	0,5 g/l	0,5 g/l	0,5 g/l	0,5 g/l	0,5 g/l	0,5 g/l	0,5 g/l
Temperaturvergilbung nach 2'170°C	191	187	199	197	195	192	199

Tabelle: (fortgesetzt)

Beispiele	10	11	12	13	14	15	16
Tropfeneinsinkzeit in Sekunden	30	77	3	2	6	3	1
Griff	5,5	5,3	5,5	5,0	3,2	2,5	1,0
B = Beispiel, V = Vergleichsversuch							

Bestimmungsmethoden für die Ergebnisse der Anwendungsbeispiele

Bestimmung des Weichgriffs (Griffbewertung):

[0050] Da der Weichgriff von Textilien stark dem subjektiven Empfinden der Testpersonen unterliegt, kann nur eine Standardisierung der Randbedingungen, nicht aber der Bewertung erreicht werden. Um trotzdem eine Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, wurden die ausgerüsteten Muster hinsichtlich ihres Weichgriffs beurteilt und in eine Rangfolge gebracht. Dazu wurden von 10 Personen in Abhängigkeit der Anzahl  $n$  der getesteten Muster 1 bis  $n$  Punkten vergeben, wobei  $n$  Punkte für das weichste Muster und 1 Punkt für das am wenigsten weiche Muster vergeben wurden. In den Tabellen sind die Durchschnittswerte der jeweils auf die einzelnen Muster entfallenen Punkte angegeben.

Bestimmung der Wassereinsinkzeit (Hydrophilie):

[0051] Das ausgerüstete Muster wurde nach der Ausrüstung acht Stunden zur Akklimatisation in einem Klimaraum bei einer Temperatur von 23°C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % gelagert, dann wurde ein Tropfen entionisiertes Wasser auf die Stoffoberfläche gegeben und die Zeit bestimmt bis der Wassertropfen vom Stoff aufgesaugt war, längstens jedoch drei Minuten. Es wurden fünf Bestimmungen durchgeführt und der Mittelwert gebildet.

Bestimmung der Temperaturvergilbung (Weißgrad):

[0052] Der gemäß der Ausrüstungsbeispiele im Foulardverfahren behandelte trockene Stoff wurde nochmals zwei Minuten bei 170°C nachkondensiert. Die so behandelte Ware lag acht Stunden im Klimaraum bei einer Temperatur von 23°C und einer Luftfeuchtigkeit von 50 % aus. Anschließend wurde der Weißgrad nach Ganz gemäß des in der Veröffentlichung "E. Ganz, Whiteness: Photometric specifications and colorimetric evaluation, Appl. Opt. 15 (1976), Seite 2039-2058" beschriebenen Verfahrens bestimmt.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung von organischen Fasern mit wässrigen Zubereitungen enthaltend aminofunktionelle Organosiliciumverbindungen der allgemeinen Formel



wobei  $i$  eine ganze Zahl von 1 bis 1000 ist,

$\text{R}$  gleich oder verschieden sein kann und einen einwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 18 Kohlenstoffatom(en) je Rest bedeutet und

$\text{R}^1$  einen zweiwertigen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 10 Kohlenstoffatomen bedeutet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass  $\text{R}^1$  ein  $n$ -Propylenrest ist.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass als wässrige Zubereitungen wässrige Emulsionen eingesetzt werden.

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass die wässrige Emulsion aminofunktionelle Organosiliciumverbindung nach Anspruch 1, gegebenenfalls Emulgator, Säure und Wasser enthält.

**EP 1 245 719 A1**

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, dass** als organische Fasern textile Flächegebilde verwendet werden.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55





Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 02 00 5359

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.7)
A	LAUTENSCHLAGER H J ET AL: "STRUKTUR-WIRKUNGSBEZIEHUNG AMINOFUNKTIONELLER SILICONWEICHMACHUNGSMITTEL" TEXTIL PRAXIS INTERNATIONAL, KONRADIN VERLAG R.KOHLHAMMER GMBH. LEINFELDEN, DE, Bd. 47, Nr. 5, 1. Mai 1992 (1992-05-01), Seiten 460-461, XP000271302 ISSN: 0340-5028 * Seite 460 - Seite 461 *	1-5	D06M15/643 C07F7/08 C08G77/26 C08G77/388 C08L83/08
A	EP 0 577 039 A (UNION CARBIDE COATINGS SERVICE) 5. Januar 1994 (1994-01-05) * das ganze Dokument *	1-5	
A	US 4 921 895 A (SCHAEFER DIETMAR ET AL) 1. Mai 1990 (1990-05-01) * das ganze Dokument *		
A	DE 196 52 524 A (RUDOLF GMBH & CO KG CHEM FAB) 18. Juni 1998 (1998-06-18) * das ganze Dokument *		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.7)
			D06M C07F C08G C08L
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Rechenort <b>MÜNCHEN</b>		Abschlußdatum der Recherche <b>17. Juni 2002</b>	Prüfer <b>Koegler-Hoffmann, S</b>
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument S : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPF FORM 1503-01-82 (P04002)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT  
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 02 00 5359

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.  
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am  
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

17-06-2002

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0577039 A	05-01-1994	BR 9302677 A	08-02-1994
		DE 69326289 D1	14-10-1999
		DE 69326289 T2	05-01-2000
		EP 0577039 A1	05-01-1994
		KR 137001 B1	28-04-1998
		US 5593611 A	14-01-1997
US 4921895 A	01-05-1990	DE 3802622 A1	10-08-1989
		DE 58902798 D1	07-01-1993
		EP 0339179 A2	02-11-1989
		ES 2037287 T3	16-06-1993
DE 19652524 A	18-06-1998	DE 19652524 A1	18-06-1998

EPO FORM P2461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82